

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-127847

(43)Date of publication of application : 10.06.1987

(51)Int.Cl.

G03G 9/08

(21)Application number : 60-269995

(71)Applicant : MITA IND CO LTD

(22)Date of filing : 29.11.1985

(72)Inventor : FUJII MASANORI

(54) ELECTROPHOTOGRAPHIC BLUE TONER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the titled toner which disperses uniformly fine particles of phthalocyanine into a resin by mixing an aqueous dispersion of the fine particles of the phthalocyanine pigment obtd. according to an acid paste method or an acid slurry method with a solution of a binder resin as it is, without drying it.

CONSTITUTION: In the process of forming the phthalocyanine pigment which is used for the titled toner, according to the acid paste method or the acid slurry method, the process of recovering the phthalocyanine pigment deposited in the solution comprises a step of washing an acidic solution of phthalocyanine with water to form an aqueous fluid dispersion thereof, a step of concentrating said aqueous fluid dispersion to a water content of 20W100%, a step of mixing the obtd. concentrated solution with a solution contg. the resin and an org. solvent, a step of forming the fluid dispersion of the phthalocyanine pigment composed of water and the org. solvent, and a step of removing water and the solvent by heating the obtd. dispersion contg. water and the org. solvent at a temp. of 100W150° C, while mixing it. As the org. solvent of the resin, the toluene solvent is preferable.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A) 昭62-127847

⑫ Int.Cl.⁴
G 03 G 9/08識別記号 庁内整理番号
7381-2H

⑬ 公開 昭和62年(1987)6月10日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 電子写真用青色トナー

⑮ 特 願 昭60-269995

⑯ 出 願 昭60(1985)11月29日

⑰ 発 明 者 藤 井 正 憲 大阪市東区玉造1丁目2番28号 三田工業株式会社内

⑱ 出 願 人 三田工業株式会社 大阪市東区玉造1丁目2番28号

⑲ 代 理 人 弁理士 山本 秀策

明 細 書

1. 発明の名称

電子写真用青色トナー

2. 特許請求の範囲

1. アシッドペースト法あるいはアシッドスラリー法などのフタロシアニンの顔料化工程において、該溶液中に析出したフタロシアニン顔料を取り出す方法として、

(a) フタロシアニンの酸溶液を水洗し水分散液とする工程、

(b) 該分散液を濃縮する工程、

(c) 該濃縮液を樹脂と有機溶媒との溶液に混入し、フタロシアニン顔料の水-有機溶媒分散液とする工程、および

(d) 該水-有機溶媒分散液を加熱混合して水ならびに溶媒を除去する工程、

により製造された樹脂分散型フタロシアニン顔料を用いてなる電子写真用青色トナー。

2. 前記工程(a)において、前記濃縮液 100重量部に対して、前記樹脂溶液が20~1000重量部の範

囲で配合された特許請求の範囲第1項に記載の電子写真用青色トナー。

3. 前記工程(c)において、フタロシアニン顔料成分 100重量部に対して、樹脂成分が10~500重量部の範囲で配合された特許請求の範囲第1項に記載の電子写真用青色トナー。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、複写機に用いられる青色トナー、特に、微粒子状のフタロシアニンが粘着樹脂中に均一に微粒子状で分散した青色トナーに関する。

(従来の技術)

電子写真用青色トナーに用いられる着色剤としては、フタロシアニン、ピクトリアブルーレーキ、スレンブルーなどの顔料が知られている。特に、フタロシアニン顔料は、鮮明な青色を有するため好ましい。

フタロシアニン顔料は、アシッドペースト法またはアシッドスラリー法により顔料化され、その結果、0.02~1ミクロン程度の微粒子とされる。

特開昭62-127847 (2)

アシッドペースト法やアシッドスラリー法は、いずれも粗製フタロシアニンを硝酸などの酸に溶解させ、これを水中に分散させて微粒子化する方法である。微粒子化されたフタロシアニン顔料は、濾過、乾燥されて回収される。しかし、このような製法により作られた微粒子フタロシアニンは乾燥による凝集によって、約50ミクロンの粗大粒子となる。そのため、トナーに用いるときには粗大粒子化したフタロシアニン顔料を再び微粒子化してトナー結着樹脂中に均一に分散させる必要がある。このような操作は困難である。過剰な分散方法によっても、相当量の粗大粒子化フタロシアニンが結着樹脂中に残存する。例えば、前混合処理に十分時間をかけても、顔料化時に得られる微粒子状態にはならない。しかし、長時間の前混合処理をすると昇熱により結着樹脂が溶融し、これが混合機の羽根や容器内に融着して、それ以上混合できなくなる。このような粗大粒子状のフタロシアニン顔料が結着樹脂中に存在すると、フタロシアニン顔料の着色力が十分に生かされないため、

これをトナーにするときにはフタロシアニン顔料を多量に用いなければならず無駄である。また、粗大粒子状のフタロシアニン顔料は、トナー粒子中に所定量でさらに均一に分散ができないので、トナー粒子間でのバラツキを生じる。フタロシアニン顔料は正極性の電荷調節性が強いので、得られたトナーが十分に均一で安定した摩擦帯電性を有しない。

(発明が解決しようとする問題点)

本発明は上記従来の問題点を解決するものであり、その目的とするところは、微粒子状のフタロシアニン顔料が結着樹脂中に均一に微粒子状で分散される電子写真用青色トナーを提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

本発明は、アシッドペースト法またはアシッドスラリー法により得られた微粒子状フタロシアニン顔料の水分分散液を、そのまま乾燥させることなく結着樹脂の溶液に混入させることにより、フタロシアニンを微粒子状のまま樹脂中に均一に分散

せしめる、との発明者の知見にもとづいて完成された。

本発明の電子写真用青色トナーは、アシッドペースト法あるいはアシッドスラリー法などのフタロシアニンの顔料化工程において、該溶液中に析出したフタロシアニン顔料を取り出す方法として、(a)フタロシアニンの酸溶液を水洗し水分分散液とする工程、(b)該分散液を濃縮する工程、(c)該濃縮液を樹脂と有機溶媒との溶液に混入し、フタロシアニン顔料の水-有機溶媒分散液とする工程、および(d)該水-有機溶媒分散液を加熱混合して水ならびに溶媒を除去する工程、により製造された樹脂分散型フタロシアニン顔料を用いてなり、そのことにより上記目的が達成される。

フタロシアニンは尿素法やフクロジニトリル法により容易に得られる。

この粗製フタロシアニンは、アシッドペースト法やアシッドスラリー法により顔料化される。これにより、フタロシアニン顔料は0.02〜1ミクロン程度の微粒子となる。アシッドペースト法では、

フタロシアニンを8〜15倍量の濃硫酸に溶解させた後、これを約80〜100倍量の水に注入してフタロシアニン微粒子の水分分散液とする。アシッドスラリー法では、フタロシアニンをその20倍量の65%〜80%硫酸に加え、適当な温度で4〜8時間強力に攪拌して均一で微細な硫酸塩を生成させ、これを多量の水中に取り出して同様の微粒子状フタロシアニンの水分分散液が得られる。

得られたフタロシアニンの水分分散液は、例えば、遠心分離により、水分量20〜100%にまで濃縮される。

濃縮液は、樹脂と有機溶媒との溶液に混入させることにより、フタロシアニンの水-有機溶媒樹脂分散液とされる。樹脂の有機溶媒としては、トナーに用いられる結着樹脂を有機溶媒に溶解させた溶液、特に、トルエン溶液が好ましい。フタロシアニンは微粒子状のまま水から有機溶媒に移行し、溶媒を介して樹脂中に均一に分散される。樹脂の溶液は、濃縮液100重量部に対し、20〜1000重量部の範囲で配合される。1000重量部を上まわ

特開昭62-127847 (3)

ると、樹脂に対するフクロシアニン顔料の割合が低くなるため、後工程の混合や混練が困難となる。20重量部を下まわると、樹脂中においてフクロシアニン顔料が凝集して粗大粒子化する。そのために、鮮明な青色トナーが得られない。フクロシアニンの水-有機溶媒分散液には、フクロシアニン顔料成分 100重量部に対し、樹脂成分が10～500重量部の範囲で配合される。

フクロシアニンの水-有機溶媒分散液は、ミキサーなどにより混合され、さらに、加熱により、水ならびに有機溶媒を除去される。加熱には、加熱ローラー、加熱ロール、エキストルーダーなどが用いられる。加熱温度は 100～150℃が好ましい。得られた樹脂分散型フクロシアニン顔料は、通常のトナー製造方法により、青色トナーとされる。

以下に樹脂分散型フクロシアニン顔料の製造例について述べる。

製造例 1

尿素法またはフクロジニトリル法により、粒子

径20～200ミクロンの粗製フクロシアニンを得た。

この粗製フクロシアニンを、アシッドペースト法に従い、次のようにして微粒子化した。

粗製フクロシアニン 100gを 1.5kgの濃硫酸に溶解させた。この溶液を 100ℓの水に注入し、0.02～0.2ミクロンのフクロシアニン結晶を析出させた。

このように微粒子化したフクロシアニンの水分散液 1kgを、遠心分離により水分量30%にまで濃縮した。樹脂（ブライオライト ACL、スチレン-アクリル樹脂、グッドイヤー社製）100gをトルエン1ℓに溶解させて結着樹脂のトルエン溶液を調整し、これに上記濃縮液 0.5kgを混入させた。フクロシアニンの樹脂分散液をミキサーで攪拌した後、ローラーにより、130℃で1時間加熱した。得られた溶液中には、0.02～0.2ミクロンの微粒子状フクロシアニンが均一に分散していた。

製造例 2

尿素法またはフクロジニトリル法により、粒子径20～200ミクロンの粗製フクロシアニンを得た。

この粗製フクロシアニンを、アシッドスラリー法に従い、次のようにして微粒子化した。

粗製フクロシアニン 100gを 2.5kgの65%硫酸に溶解させた。この溶液を30℃で5時間攪拌して、微小なフクロシアニン硫酸塩を生成させた。これを多量の水の中に取り出して0.02～0.2ミクロンのフクロシアニン結晶を得た。

(実施例)

以下に本発明を実施例について述べる。

ブライオライト ACL (グッドイヤー社製)

100重量部

ビスコール 550P (三洋化成社製) 2重量部

樹脂分散型銅フクロシアニン顔料 7重量部
(顔料成分)

ポントロン E-82 (オリエント化学社製、マイナスイオン制御剤) 2重量部

上記処方混合し、青色トナーとした。このトナーに鉄粉キャリアー (STV-25F; 日本鉄粉社製)を加えさらに混合して、トナーのブローオフ摩耗帯電量を測定したところ、 $-15 \mu\text{C/g}$ となった。トナー温度は10℃であった。このトナーを用いて

PPC (DC-131)にて1万枚コピーを行った。その結果、IDは1.15 (初期)から1.11 (1万枚コピー後)、FDは 0.001 (初期)から 0.002 (1万枚コピー後)、そして帯電量は $-15 \mu\text{C/g}$ (初期)から $-17 \mu\text{C/g}$ (1万枚コピー後)となった。いずれのコピー画像も、にじみ、かすれなどのない安定で良質な品質であった。

比較例

樹脂分散型銅フクロシアニン顔料に代えてシアニンプル-6-314 (山陽色素社製)を用いたこと以外は、実施例と同様にして青色トナーを得た。このトナーについて、実施例と同様の方法によりブローオフ摩耗帯電量を測定したところ、 $-14 \mu\text{C/g}$ となった。また、PPC (DC-131)にて1万枚コピーを行った結果、IDは1.15 (初期)から1.21 (1万枚コピー後)、FDは 0.003 (初期)から 0.011 (1万枚コピー後)、そして帯電量は $-14 \mu\text{C/g}$ (初期)から $-6.9 \mu\text{C/g}$ (1万枚コピー後)となった。しかも、コピー画像は 1000 枚ごろから地風かぶりが著しく上昇し、現像部からのトナーの

特開昭62-127847 (4)

飛散が急 したため実用不可能となった。

(発明の効果)

本発明によれば、このように、微粒子状のフクロシアニン顔料が感光樹脂中に均一に分散した電子写真用青色トナーが得られる。従って、この青色トナーは高い着色力を有し、そのために、鮮明な複写画像が得られる。しかも、このトナーは帯電特性の安定なトナーである。

以上

出願人 三田工業株式会社

代理人 弁理士 山本秀策